◆ 残留与环境 ◆

超高效液相色谱-串联质谱检测桃中 吡唑醚菌酯和啶酰菌胺残留和消解

刘倩宇1,2,刘颖超1*,董丰收2,徐军2,吴小虎2,刘新刚2,郑永权2

(1. 河北农业大学,河北省植物生理与分子病理学重点实验室,河北保定 071001; 2. 中国农业科学院 植物保护研究 所,植物病虫害生物学国家重点实验室,北京 100193)

摘要:本文建立了桃中吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱(UPLC-MS/MS)检测方法,进行田间试验,明确了吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃上的消解动态。结果表明,在添加水平0.01~2 mg/kg范围内,吡唑醚菌酯在桃中的平均回收率为89.8%~96.9%,相对标准偏差为0.8%~5.4%;啶酰菌胺的平均回收率为81.1%~100.5%,相对标准偏差为3.3%~12.1%;定量限均为0.01 mg/kg。吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中的消解动态均符合一级动力学方程,消解半衰期分别为7.2~15.8 d和7.0~11.8 d。

关键词: 吡唑醚菌酯: 啶酰菌胺: 桃; 残留分析: 消解动态

中图分类号:TQ 450.2+63 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2020.01.010

Determination of Pyraclostrobin and Boscalid Residue and Dissipation Dynamics in Peaches Using UPLC-MS/MS

LIU Qianyu^{1,2}, LIU Yingchao^{1*}, DONG Fengshou², XU Jun², WU Xiaohu², LIU Xingang², ZHENG Yongquan² (1.The Key Laboratory of Hebei Province for Molecular Plant-Microbe Interaction, Hebei Agricultural University, Baoding 071001, Hebei Province, China; 2. Institute of Plant Protection, Chinese Academy of Agricultural Sciences, State Key Laboratory for Biology of Plant Diseases and Insect Pests, Beijing 100193, China)

Abstract: A method for the detection of pyraclostrobin and boscalid in peaches by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). A field experiment was conducted to determine the dissipation dynamics of pyraclostrobin and boscalid on peaches. The results showed that average recoveries of pyraclostrobin ranged from 89.8% to 96.9% with the relative standard deviations of 0.8% to 5.4%. The average recoveries of boscalid ranged from 81.1% to 100.5% with the relative standard deviations of 3.3% to 12.1% at spiked levels(0.01 to 2 mg/kg). The limit of quantifications were 0.01 mg/kg. The dissipation equations of pyraclostrobin and boscalid in peach samples fit the first order kinetics. The half-lives of pyraclostrobin were 7.2 to 15.8 days and the half-lives of boscalid were 7.0 to 11.8 days.

Key words: pyraclostrobin; boscalid; peach; residue analysis; dissipation dynamics

桃(Prunus persica L.) 肉质鲜美,含有丰富的维生素、矿物质和果酸,具有很高的营养价值和医疗保健作用^山。褐腐病是一种危害桃树的世界性病害,其传播快、分布广,成熟期发病最多,严重影响桃果

产量和品质[2]。吡唑醚菌酯和啶酰菌胺对桃褐腐病 具有良好的防效[34]。实际生产中,该药剂在桃树坐 果期大量应用。因此,开展关于吡唑醚菌酯和啶酰 菌胺在桃果中残留行为的研究具有重要意义。

收稿日期:2019-12-14

作者简介:刘倩宇(1992—),女,河北石家庄人,博士,主要从事农药残留分析及安全性评价研究。E-mail:liuqianyu9208@163.com 通信作者:刘颖超(1968—),女,河北高碑店人,教授,主要从事农药学教学与研究工作。E-mail:liuyingchao@hebau.edu.cn

吡唑醚菌酯(pyraclostrobin)是一种甲氧基丙烯 酸酯类杀菌剂,通过阻止细胞色素b和C,间的电子传 递,抑制线粒体呼吸作用,从而破坏病原菌能量循 环进而导致细胞死亡[5]。啶酰菌胺(boscalid)是一种 烟酰胺类广谱杀菌剂,通过抑制病原菌有氧呼吸三 羧酸循环中琥珀酸脱氢酶活性,干扰细胞分裂和生 长,从而起到杀菌作用回。关于吡唑醚菌酯和啶酰菌 胺的残留检测方法主要有气相色谱法(GC)^[7]、气相色 谱-质谱法(GC-MS) [8]、高效液相色谱法(HPLC) [9]和 液相色谱-质谱法(LC-MS)[10]等。前处理方法有固 相萃取[11]、液液萃取[12]、分散固相萃取[8]和QuECh-ERS[10]法。其中QuEChERS前处理方法结合LC-MS, 灵敏度高,重复性好。关于吡唑醚菌酯和啶酰菌胺 在草莓[10]、葡萄[11]和黄瓜[13]中的残留行为已有报道, 但有关吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中的检测方法 及残留研究未见报道。

目前,我国规定吡唑醚菌酯在桃上的最大残留限量(MRL)为1 mg/kg,未规定啶酰菌胺在桃上的MRL为5的MRL^[14],欧盟规定啶酰菌胺在桃上的MRL为5 mg/kg^[15]。为评价吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃果上的残留及消解水平,本研究建立UPLC-MS/MS快速检测吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中的残留分析方法,并开展吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃上的消解动态研究,为其安全使用提供依据。

1 材料与方法

1.1 仪器和试剂

ACQUITY UPLC-TQD超高效液相色谱-三重四极杆质谱联用仪、ACQUITY UPLC BEH C_{18} 色谱柱 (2.1 mm × 100 mm, 1.7 μ m),Waters公司;CK-2000 高通量组织研磨仪,托摩根生物科技有限公司;TG16-WS台式高速离心机,长沙湘仪离心机有限公司;Mili-Q超纯水仪,美国Milipore公司。

吡唑醚菌酯标准品(纯度98.6%),啶酰菌胺标准品(纯度98.6%),北京勤诚亦信科技开发有限公司;乙腈(色谱纯)、甲酸,北京北化精细化学品有限公司;N-丙基乙二胺(PSA)(40 μm)、Filter Unit滤膜(0.22 μm),天津博纳艾杰尔科技有限公司;乙腈、无水硫酸镁、氯化钠(分析纯),国药集团化学试剂有限公司;38%唑醚·啶酰菌水分散粒剂,巴斯夫(中国)有限公司。

1.2 田间试验设计

参照NY/T788—2018《农作物中农药残留试验准则》^[16],于2018年4—8月分别在北京市大兴区、山西

省晋中榆次区、河南省济源市以及湖南省长沙市的桃园中进行38%唑醚·啶酰菌水分散粒剂在桃树上的残留消解动态试验。设置空白对照区和消解动态区,每个小区有桃树4株,每个处理重复3次,随机排列,处理间设保护带。在桃褐腐病发病初期,按推荐最高剂量有效成分用量253.3 mg/kg,制剂用量1500倍液兑水茎叶喷雾1次。分别于施药后7、14、21、28、35 d采集桃样品,随机取样2 kg,缩分留样200 g,匀浆后-20℃低温冷冻保存待测。

1.3 分析方法

1.3.1 检测条件

色谱条件: ACQUITY UPLC BEH C_{18} 色谱柱 (2.1 mm×100 mm,1.7 μ m); 柱温: 30°; 流动相: 0.1%甲酸水溶液、乙腈,流速: 0.3 mL/min; 进样量: 3 μ L; 梯度洗脱条件见表1。

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	流速/(mL·min ⁻¹)	体积分数/%	
		0.1%甲酸水溶液	乙腈
0.00	0.30	90.00	10.00
1.50	0.30	10.00	90.00
3.50	0.30	10.00	90.00
4.00	0.30	90.00	10.00
5.00	0.30	90.00	10.00

质谱条件:电喷雾离子源,正离子电离模式 (ESI⁺)。毛细管电压3.5 kV,离子源温度150 $^{\circ}$ C,去溶剂温度500 $^{\circ}$ C,去溶剂气(N₂)流量650 L/h,锥孔反吹气(N₂)流量50 L/h。采用多重反应监测(MRM),具体参数见表1。

表 2 多重反应监测 (MRM) 质谱参数

农药名称	保留时间/min	驻留时 间/min	定性、定量 离子对(<i>m/z</i>)	锥孔电 压/eV	碰撞能 量/eV
吡唑醚菌酯	2.65	0.08	388.18>194.09*	23	18
			388.18>163.13		30
啶酰菌胺	2.39	0.08	$343.02 > 139.99^*$	35	35
			343.02>307.10		29

注:表中带*的表示定量离子对。

1.3.2 样品前处理

称取10.0 g(精确到0.01 g) 均质桃样品于含50 mL聚四氟乙烯的离心管中,加入5 mL超纯水,涡旋3 min后加入10 mL乙腈,2 000 次/min振荡提取10 min,然后加1 g NaCl和4 g无水硫酸镁,2 000 次/min迅速振荡5 min,再以4 000 r/min离心5 min后,移取1.5 mL上清液(乙腈层) 至装有50 mg PSA和150 mg无水硫酸镁的2 mL离心管中,2 000 r/min涡旋1 min,5 000

r/min离心5 min后,上清液过0.22 μm有机滤膜,于 -20℃贮存待测。

1.3.3 标准溶液配制及基质标准曲线绘制

用电子天平分别称取0.010 14 g吡唑醚菌酯 (98.6%) 和啶酰菌胺 (98.6%) 标准品,用色谱纯乙腈作溶剂配制100 mg/L储备液100 mL,于4℃避光保存。

用色谱纯乙腈梯度稀释,配制质量浓度分别为2.00、1.00、0.50、0.20、0.10、0.05、0.02、0.01 mg/L的系列标准品混合溶液;用空白桃样品提取液稀释,配制上述质量浓度的混合基质标准溶液,分别以吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的质量浓度为横坐标,相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

1.3.4 添加回收试验

分别添加3个水平的吡唑醚菌酯和啶酰菌胺混合标准溶液于空白桃均质样品中,其添加水平分别为0.01、1.00、2.00 mg/kg。按1.3.1条件进行检测,计算添加回收率及相对标准偏差。

1.3.5 数据处理

吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中的残留量随时间变化,可用一级动力学方程表示。

$$C_t = C_0 e^{-kt} \tag{1}$$

式中: C_t 为时间t时的农药残留量, mg/kg; C_0 为施药后的原始沉积量, mg/kg; k为消解系数, d^{-1} ; t为施药后时间, d。

通过式(1)得到的消解系数k,通过式(2)即可计算消解半衰期 $T_{1/2}$ 。

$$T_{10} = \ln 2/k \tag{2}$$

2 结果与分析

2.1 检测条件优化

为使吡唑醚菌酯、啶酰菌胺的测定达到最佳灵敏度和最佳分离效果,将0.1 mg/L吡唑醚菌酯和啶酰菌胺标准溶液在扫描范围100~500 m/z直接进样,选择合适的离子源。在电喷雾离子源、正离子模式下,吡唑醚菌酯和啶酰菌胺均具有较好的电离效果,并获得特征离子峰[M+H]。在此基础上优化监测离子、锥孔电压和碰撞能量等质谱参数,最终优化条件如1.3.1所述。进一步优化色谱条件,在流动相为乙腈-0.1%甲酸水溶液时,得到较好的灵敏度、重现性及峰形(图1)。

2.2 方法的线性范围、灵敏度

基质匹配外标法定量分析,结果表明吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在0.01~2 mg/L的质量浓度范围内均呈现良好的线性关系。其回归方程和相关系数分别

是: y=2.798.5 x+156.696, $R^2=0.990.9$ (吡唑醚菌酯); y=434.84 x+6.166.7, $R^2=0.999.2$ (啶酰菌胺)。在0.01、1.00、2.00 mg/kg添加水平下,吡唑醚菌酯在桃中的平均回收率为89.8~96.9%,相对标准偏差为0.8%~5.4%;啶酰菌胺在桃中的平均回收率为81.1%~100.5%,相对标准偏差为3.3%~8.9%(表3)。吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的定量限均为0.01 mg/kg。

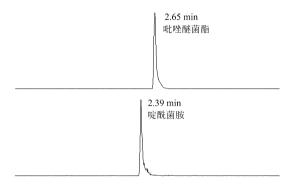


图 1 吡唑醚菌酯和啶酰菌胺标准品色谱图 (0.01 mg/L)

表 3 吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中的添加回收率及 相对标准偏差 (n=5)

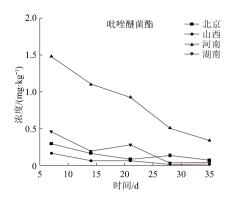
农药名称	添加水平/	平均回收率/	相对标准偏差/
	$(mg \cdot kg^{-1})$	%	%
吡唑醚菌酯	0.01	96.9	4.9
	1.00	90.5	5.4
	2.00	89.8	0.8
啶酰菌胺	0.01	81.1	12.1
	1.00	100.5	3.3
	2.00	98.2	8.9

2.3 吡唑醚菌酯、啶酰菌胺在桃中的消解动态

吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中的消解动态均符合一级动力学方程回归曲线*C;=Coe^{-kt}*,吡唑醚菌酯在北京、山西、河南、湖南等4个地区桃中的半衰期分别为15.8、7.8、13.1、7.2 d; 啶酰菌胺在北京、山西、河南、湖南等4个地区桃中的半衰期分别为11.0、7.1、11.8、7.0 d, 结果见表4。吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在不同地区的消解动态曲线见图2, 两者均在山西和湖南消解较快, 在北京和河南消解较慢。

表 4 吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中消解动态

农药名称	地点	消解方程	R^2	半衰期/d
吡唑醚菌酯	北京	C_t =0.342 9 $e^{-0.044t}$	0.748 5	15.8
	山西	C_t =0.285 4 $e^{-0.089t}$	0.763 8	7.8
	河南	C_t =2.329 5 $e^{-0.053t}$	0.964 4	13.1
	湖南	C_t =0.934 3 $e^{-0.096t}$	0.773 3	7.2
啶酰菌胺	北京	C_t =1.142 2 $e^{-0.063 t}$	0.805 6	11.0
	山西	C_t =0.789 3 $e^{-0.097t}$	0.942 9	7.1
	河南	C_t =6.332 0 $e^{-0.059t}$	0.948 3	11.8
	湖南	C_t =3.589 0 $e^{-0.099t}$	0.855 5	7.0



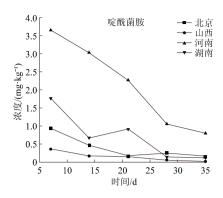


图 2 吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在不同地区的消解动态

3 结论与讨论

本研究在QuEChERS方法基础上,建立了UPLC-MS/MS测定桃中吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的残留分析方法。在0.01~2.00 mg/L范围内,吡唑醚菌酯和啶酰菌胺的浓度与色谱峰面积均呈现良好的线性关系;在添加水平为0.01~2.00 mg/kg时,吡唑醚菌酯在桃中的平均回收率为89.8%~96.9%,相对标准偏差为0.8%~5.4%;啶酰菌胺在桃中的平均回收率为81.1%~100.5%,相对标准偏差为3.3%~12.1%。吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃中的定量限均为0.01 mg/kg。与杨霄鸿等[10]建立的HPLC-MS/MS测定吡唑醚菌酯和啶酰菌胺残留方法相比,本方法的定量限更低,灵敏度更高,且操作快速、简便。

据报道,吡唑醚菌酯在草莓上的消解半衰期为4.8~6.0 d^[10],在辣椒上为5.1~7.0 d^[17],在花生上为10.3~11.2 d^[18];啶酰菌胺在草莓上的消解半衰期为5.1~11.0 d^[10],在黄瓜上为2.67~9.90 d^[14],在番茄上为7.6~11.7 d^[19]。本研究结果表明,吡唑醚菌酯在桃上的消解半衰期为7.2~15.8 d;啶酰菌胺在桃上的消解半衰期为7.0~11.8 d。吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在不同作物的消解半衰期差异不大,均属于易降解农药。本研究提供了吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃上残留分析方法及消解动态数据,为吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃上残留分析方法及消解动态数据,为吡唑醚菌酯和啶酰菌胺在桃上的安全使用提供参考。

参考文献

- YANG C, CHEN T, SHEN B, et al. Citric acid treatment teduces decay and maintains the postharvest quality of peach (*Prunus persica* L.) fruit[J]. Food Science & Nutrition, 2019, 7(11): 3635-3643.
- [2] 田如海,周亚辉,顾志新,等.不同杀菌剂对桃褐腐病的田间防效 [J]. 中国植保导刊, 2014, 34(9): 55-57.
- [3] SPIEGEL J, STAMMLER G. Baseline sensitivity of *Monilinia laxa* and *M. fructigena* to pyraclostrobin and boscalid[J]. Journal of Plant

Diseases and Protection, 2006, 113(5): 199-206.

- [4] 周华光, 许燎原, 梁文勇, 等. 肟菌·戊唑醇等杀菌剂对桃褐腐病的防治效果[J]. 浙江农业科学, 2018, 59(12): 2182-2183.
- [5] 杨丽娟, 柏亚罗. 甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂: 吡唑醚菌酯[J]. 现代农药, 2012, 11(4): 46-50.
- [6] DU S, LI Z, TIAN Z, et al. Synthesis, antifungal activity and QSAR of novel pyrazole amides as succinate dehydrogenase inhibitors[J]. Heterocycles, 2018, 96(1): 74-85.
- [7] MARTIN S M, RESNIL S L, MARIA I T. Method development and validation for boscalid in blueberries by solid-phase microextraction gas chromatography, and their degradation kinetics[J]. Food Chemistry, 2013, 136(3/4): 1399-1404.
- [8] 杨莉莉, 金芬, 杜欣蔚, 等. 啶酰菌胺在草莓和土壤中的残留及消解动态[J]. 农药学学报, 2015, 17(4): 455-461.
- [9] 刘卫荣, 康凤. 20%吡唑醚菌酯·丙硫菌唑悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2019, 18(3): 39-41.
- [10] 杨霄鸿, 赵楠楠, 赵文文, 等. 38%唑醚·啶酰菌悬浮剂在草莓和 土壤中的残留及消解动态[J]. 农药学学报, 2018, 20(1): 67-74.
- [11] GONZÁLEZ-RODRÍ GUEZ R M, CANCHO-GRANDE B, SIMAL-GÁNDARA J. Multiresidue determination of 11 new fungicides in grapes and wines by liquid-liquid extraction/clean-up and programmable temperature vaporization injection with analyte protectants/gas chromatography/ion trap mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2009, 1216(32): 6033-6042.
- [12] 陈莉, 贾春虹, 贺敏, 等. 草莓和土壤中啶酰菌胺残留量的高效液相色谱分析[J]. 农药, 2009, 48(5): 360-361.
- [13] 洪思慧, 张超, 曹晓林, 等. 38% 唑醚·啶酰菌胺悬浮剂中啶酰菌 胺在黄瓜上的残留及消解动态[J]. 农药, 2017, 56(9): 668-672.
- [14] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 中华人民共和国农业部. GB 2763—2016 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S] 北京:中国农业出版社, 2016.
- [15] EU, EU-pesticides database [EB/OL]. (2018) [2018-08-08]. https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=homepage&language=EN
- [16] 中华人民共和国农业部. NY/T 788—2018 农作物中农药残留试 (下转第 56 页中)

产量无显著差异。

11%砜嘧·精喹OD于烟草苗期,杂草3~5叶期, 兑水(兑水量675 L/hm²) 喷施药液作杂草茎叶处理 1次,可有效防除烟草田马唐、牛筋草、辣子草等一 年生杂草,同时对烟草安全,可以推广使用。考虑到药 剂施用的经济性和安全性,推广11%砜嘧·精喹OD在 烟草田间应用,推荐有效成分用量为99~132 g/hm²。

参考文献

- [1] 中国植物志[M]. 北京: 科学出版社, 1978:152.
- [2] 张会娟, 胡志超, 谢焕雄, 等. 我国烟草的生产概况与发展对策[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(32): 14161-14162; 14213.
- [3] 胡坚. 云南烟田杂草的种类及防控技术[J]. 杂草科学, 2006(3): 14-17.

- [4] 强胜. 杂草学[M]. 北京: 中国农业出版社, 2001: 244-247.
- [5] 张晓进. 磺酰脲类除草剂: 砜嘧磺隆[J]. 现代农药, 2010, 9(3): 44-47; 50.
- [6] 欧晓明, 步海燕. 磺酰脲类除草剂水化学降解机理研究进展[J]. 农业环境科学学报, 2007(5): 1607-1614.
- [7] 高学民, 罗卫平, 沈雪芳, 等. 喹禾灵的合成[J]. 农药, 1998, 37(7): 12-13
- [8] 赵敏. 喹禾灵乳油防除棉田禾本科杂草的研究[J]. 农药, 2003, 42 (1): 32-33.
- [9] 朱良天. 精细化工产品手册: 农药[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 361-363.
- [10] 刘全国. DPS数据处理系统在植保专业中的应用[J]. 中国植保导刊, 2013, 33(2): 66-68.

(责任编辑:徐娟)

(上接第 43 页)

验准则[S]. 北京: 中国农业出版社, 2018.

- [17] GAO Y, YANG S, LI X, et al. Residue determination of pyraclostrobin, picoxystrobin and its metabolite in pepper fruit via UPLC-MS/MS under open field conditions[J]. Ecotoxicology and Environmental safety, 2019, 182: 109445.
- [18] ZHANG F Z, WANG L, ZHOU L, et al. Residue dynamics of pyraclostrobin in peanut and field soil by QuEChERS and LC-MS/MS [J]. Ecotoxicology and Environmental Safety, 2012, 78: 116-122.
- [19] 郑尊涛, 孙建鹏, 简秋, 等. 啶酰菌胺在番茄和土壤中的残留及消解动态[J]. 农药, 2012, 51(9): 672-674.

(责任编辑:石凌波)

(上接第52页)

条件下保持较好的除草效果,说明该药剂可在干旱、低温、温差大的地区使用,对除草效果无明显影响。推荐43%双氟磺草胺·2甲4氯异辛酯SC使用剂量1200~1500 mL/hm²(有效成分含量516~645g/hm²)于春小麦3~5叶期向茎叶喷雾,对田间一年生阔叶杂草的综合防效均可达70%以上。

参考文献

- [1] 王宪国, 杨杰, 白升升, 等. 青海和西藏小麦品种主要春化基因的组成分析[J]. 麦类作物学报, 2015, 35(10): 1341-1346.
- [2] 钟世雄. 春小麦种植及病虫害防治技术[J]. 新农业, 2017(11): 15.
- [3] 师生波,张怀刚,师瑞,等.青藏高原春小麦叶片光合作用的光抑制及PSII反应中心光化学效率的恢复分析[J]. 植物生态学报,2014,38(4):375-386.
- [4] 崔翠, 唐银. 小麦播种量对杂草群落及小麦产量的影响[J]. 西南大学学报: 自然科学版, 2011, 33(12): 12-17.
- [5] 叶香平, 何华健, 胡琼英. 不同除草剂对小麦阔叶杂草防除效果

- 评价[J]. 农业灾害研究, 2012, 2(1): 23-24.
- [6] 宋敏, 田枫, 路兴涛, 等. 48%双氟磺草胺·氯氟吡氧乙酸·2甲4氯 异辛酯悬浮剂对冬小麦田阔叶杂草的防除效果及安全性[J]. 农 药, 2015, 54 (9): 697-699.
- [7] 李玮, 魏有海, 郭良芝, 等. 75%氯吡嘧磺隆水分散粒剂防除春小麦田阔叶杂草效果[J]. 广东农业科学, 2012, 39(22): 96-97.
- [8] 李玮. 50%酰嘧磺隆WDG对春小麦田一年生阔叶杂草的防除效果[J]. 湖北农业科学, 2014, 53(13): 3054-3056.
- [9] 朱大顺, 魏鹏. 四氯化锡催化合成除草剂2甲4氯异辛酯[J]. 现代 农药, 2010, 9(4):12-13.
- [10] 农业农村部农药检定所. NY/T 1464.40—2011 农药田间药效试验准则第40部分: 除草剂防治免耕小麦田杂草[S]. 北京: 中国标准出版社出版, 2011.
- [11] 刘林业, 冯渊. 43%双氟磺草胺·2甲4氯异辛酯SC防除麦田阔叶草药效试验[J]. 现代农业科技, 2017, 44(12): 101-102.
- [12] 高新菊, 王恒亮, 陈威, 等. 双氟磺草胺与2甲4氯异辛酯的联合作用及药效评价[J]. 现代农业科技, 2015, 44(2): 77-81.
- [13] 侯珍, 谢娜, 董秀霞, 等. 双氟磺草胺的除草活性及对不同小麦品种的安全性评价[J]. 植物化学保护, 2012, 39(4): 357-363.

(责任编辑:范小燕)